



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift
⑯ DE 40 18 928 A 1

⑯ Int. Cl. 5:
G 01 N 1/10
G 01 N 30/20
G 01 F 11/44
// G 01 N 21/75, 21/71

⑯ Aktenzeichen: P 40 18 928.7
⑯ Anmeldetag: 13. 6. 90
⑯ Offenlegungstag: 19. 12. 91

DE 40 18 928 A 1

⑯ Anmelder:
Bodenseewerk Perkin-Elmer GmbH, 7770 Überlingen, DE

⑯ Vertreter:
Weisse, J., Dipl.-Phys.; Wolgast, R., Dipl.-Chem. Dr., Pat.-Anwälte, 5620 Velbert

⑯ Erfinder:
Huber, Bernhard, 7770 Überlingen, DE

⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:
DE 38 29 006 A1
DE 37 32 516 A1
DE 37 23 178 A1
DE 33 46 196 A1
DE 32 38 714 A1
DE 28 28 373 A1
CH 4 68 635

GB 20 23 286 A
GB 21 04 657
US 41 52 391
US 40 68 528
US 40 43 202
US 40 36 062
US 39 61 534
US 38 46 075
US 38 00 602
US 37 47 630
US 35 83 232
US 32 67 736
US 31 16 642
EP 01 00 588 B1
EP 00 81 116 B1
EP 00 22 654 B1
WO 89 03 990

Firmenschrift: PERKIN ELMER: Fließ-Injektions-Atomspektrometrie-System FIAS-200. Firma Perkin-Elmer & Co GmbH, 7770 Überlingen, Impressum 2916/3.89, 9 Seiten;

Weitere Bibliographieangaben siehe Rückseite

⑯ Vorrichtung zur Eingabe von flüssigen Proben in einen Trägerflüssigkeitsstrom

⑯ Durch ein Ventil mit zwei Ventilstellungen sind von zwei Probenschleifen (54, 56) wahlweise die eine in einen Probenflüssigkeitsstrom einschaltbar und gleichzeitig die andere in einen Trägerflüssigkeitsstrom oder umgekehrt. Die Probenschleifen können unterschiedliche Volumina haben. Die Anordnung ermöglicht bei der Fließinjektionsanalyse eine Erhöhung der Analysenfrequenz.

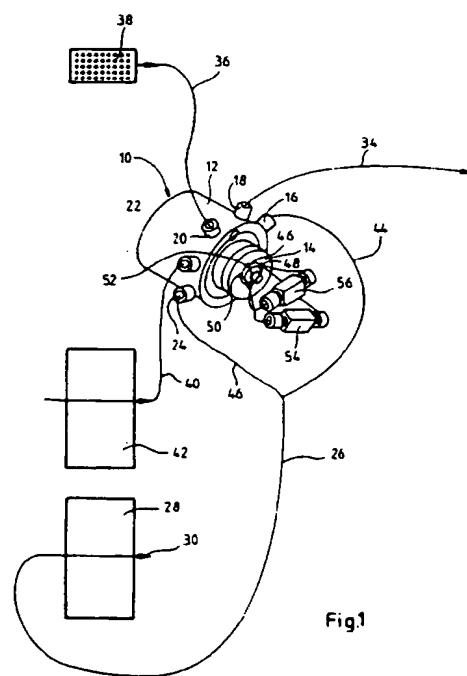


Fig.1

DE 40 18 928 A 1

BRENNAN, M.C.;
SVEHLA, G.: Flow injection determination of boron,
copper, molybdenum, tungsten and zinc in organic
matrices with direct current plasma optical emission
spectrometry. In: *Fresenius Z Anal Chem.*, 1989,
335:893-899;
ERICKSON, Brice C.;
KOWALSKI;
Bruce R: Application of a Versatile Injection Valve for
Blow Injection Analysis. In: *Anal. Chem.*, 1987, 59,
1246-1248;
Flow Injection Analysis - From Test Tube to integrated
Microconduits. In: *ANALYTICAL CHEMISTRY*, Vol. 55, No.11, Sept.1983,
S. 1040A-1053A;

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Eingabe von flüssigen Proben in einen Trägerflüssigkeitsstrom, insbesondere für die Fließinjektionsanalyse, enthaltend

- a) eine Probenschleife mit einem definierten Volumen und
- b) ein zwischen einer ersten und einer zweiten Ventilstellung umschaltbares Ventil, durch welches die Probenschleife in der ersten Ventilstellung in eine Trägerflüssigkeitsleitung und in der zweiten Ventilstellung in eine Probenflüssigkeitsleitung einschaltbar ist.

Bei der Fließinjektionsanalyse wird eine Probenflüssigkeit in eine Probenschleife eingebracht. Dazu wird üblicherweise Probenflüssigkeit von einer Schlauchpumpe durch die Probenschleife gepumpt, die an dem stromabwärtigen Ende mit einem Auslaß verbunden ist. Wenn die Probenschleife mit Probenflüssigkeit gefüllt ist, wird die Probenschleife von einem Ventil in einen Trägerflüssigkeitsstrom eingeschaltet. Die Probenflüssigkeit wird dabei von der Trägerflüssigkeit mitgenommen.

Die Probenflüssigkeit wird dann von der Trägerflüssigkeit zu einem Analysengerät gefördert. Das kann eine Trennsäule für die Hochdruck-Flüssigkeitschromatographie oder ein Brenner eines Atomabsorptions-Spektrometers sein. Die Probenflüssigkeit kann auch mit einem Reagenz versetzt werden, das dem Träger- und Probenflüssigkeitsstrom zugemischt wird, um flüchtige Hydride von bestimmten Probenbestandteilen zu bilden. Solche Hydride werden nach Trennung von der Flüssigkeit in einer beheizten Meßküvette zersetzt und durch Atomabsorptions-Spektroskopie bestimmt.

Das Ventil ist üblicherweise ein Drehschieberventil mit einem stationären, ersten Ventilteil und einem dagegen verdrehbaren, zweiten Ventilteil. An dem ersten Ventilteil sind vier Anschlüsse vorgesehen. Davon ist ein Anschluß mit einer Probenflüssigkeitsquelle und ein Anschluß mit einem Auslaß verbunden. Zwei weitere Anschlüsse sind in eine Trägerflüssigkeitsleitung eingeschaltet. Der zweite Ventilteil trägt eine Probenschleife und weist weiterhin eine Verbindungsleitung auf. Das Ventil ist zwischen zwei Stellungen umschaltbar. In einer ersten Stellung des ersten Ventilteils ist die Probenschleife zwischen Probenquelle und Auslaß eingeschaltet. Die Verbindungsleitung verbindet die beiden Teile der Trägerflüssigkeitsleitung. In einer zweiten Stellung ist die Verbindungsleitung auf der einen Seite mit der Probenquelle verbunden aber auf der anderen Seite abgesperrt. Die Probenschleife liegt zwischen den mit der Trägerflüssigkeitsleitung verbundenen Anschlüssen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung der eingangs definierten Art universeller einsetzbar zu machen.

Der Erfindung liegt die speziellere Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung der eingangs genannten Art so auszubilden, daß wahlweise zwei unterschiedliche Volumina dosiert werden können.

Der Erfindung liegt weiter die Aufgabe zugrunde, die Analysenfrequenz zu erhöhen.

Diese Aufgaben werden erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß

- c) eine zweite Probenschleife durch das Ventil in dessen erster Ventilstellung in die Probenflüssig-

keitsleitung und in dessen zweiter Ventilstellung in die Trägerflüssigkeitsleitung einschaltbar ist.

Es können dann Probenschleifen mit unterschiedlichen Volumina vorgesehen werden, die abwechselnd eingesetzt werden. Es können auch Probenschleifen mit gleichen Volumina vorgesehen sein. Dann gestattet die Vorrichtung eine Erhöhung der Analysenfrequenz: Während der Messung der Probe in der einen Probenschleife wird schon wieder die andere Probenschleife mit Probenflüssigkeit gefüllt.

Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist nachstehend unter Bezugnahme auf die zugehörigen Zeichnungen näher erläutert.

Fig. 1 ist eine schematische Darstellung einer Vorrichtung zum Einbringen einer Probenflüssigkeit in einen Trägerflüssigkeitsstrom, wobei das Ventil und die Probenschleifen perspektivisch dargestellt ist.

Fig. 2 zeigt einen Längsschnitt des Ventils.

Fig. 3 zeigt eine Endansicht des Ventils in der ersten Ventilstellung, wobei die Probenschleifen und ihre Verbindungen schematisch dargestellt sind.

Fig. 4 zeigt die Endansicht des Ventils in der zweiten Ventilstellung.

Fig. 5 zeigt schematisch eine Vorrichtung der vorliegenden Art in Verbindung mit einem Gerät zur Erzeugung flüchtiger Hydride einzelner Probenbestandteile und zur Bildung eines Atomdampfes aus den Hydriden in einer beheizten Meßküvette eines Atomabsorptions-Spektrometers.

In Fig. 1 ist mit 10 ein Ventil bezeichnet. Das Ventil 10 ist zwischen zwei Ventilstellungen umschaltbar. Das Ventil 10 besteht aus einem stationären, ersten Ventilteil 12 und einem gegen den ersten Ventilteil 12 verdrehbaren zweiten Ventilteil 14. An dem ersten Ventilteil 10 sind, längs dessen Umfang winkelversetzt, fünf Anschlüsse 16, 18, 20, 22 und 24 angeordnet. Der erste Anschluß 16 ist über eine Leitung 44 und eine auf die Leitung 26 wirkende Schlauchpumpe 28 mit einem Auslaß 30 verbunden. Der Auslaß 30 steht in Verbindung mit einem (nicht dargestellten) Abfallgefäß. Der zweite Anschluß 18 ist mit dem stromabwärtigen Teil einer Trägerflüssigkeitsleitung 34 verbunden. Dieser Teil der Trägerflüssigkeitsleitung 34 ist zu einem Analysengerät geführt. Der dritte Anschluß 20 steht über eine Leitung 36 mit einem Probengeber 38 in Verbindung. Der vierte Anschluß 22 ist mit dem stromaufwärtigen Teil der Trägerflüssigkeitsleitung 40 verbunden. In diesem Teil der Trägerflüssigkeitsleitung ist eine Schlauchpumpe 42 angeordnet. Der fünfte Anschluß 24 steht wieder mit dem Auslaß 30 in Verbindung. Die beiden Anschlüsse 16 und 24 sind über Zweigleitungen 44 bzw. 46 mit der Leitung 26 verbunden.

Der bewegliche, zweite Ventilteil 14 weist vier äußere Anschlüsse 46, 48, 50 und 52 auf. Eine erste Probenschleife 54 ist mit den Anschlüssen 46 und 50 verbunden. Eine zweite Probenschleife 56 ist mit den Anschlüssen 48 und 52 verbunden.

Fig. 2 zeigt einen Längsschnitt durch das Ventil 10. Der stationäre Ventilteil 12 hat zylindrische Grundform. Auf einer Stirnfläche des stationären Ventilteils 12 sitzt der flach-zylindrische bewegliche, nämlich drehbare, Ventilteil 14. In der Stirnfläche des stationären Ventilteils 12 sitzt ein Zapfen 60. Der Zapfen 60 ragt in einen bogenförmigen Ausschnitt 62 des stationären Ventilteils 14. Der Zapfen 60 und der Ausschnitt 62 bestimmen den

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Eingabe von flüssigen Proben in einen Trägerflüssigkeitsstrom, insbesondere für die Fließinjektionsanalyse, enthaltend

- a) eine Probenschleife mit einem definierten Volumen und
- b) ein zwischen einer ersten und einer zweiten Ventilstellung umschaltbares Ventil, durch welches die Probenschleife in der ersten Ventilstellung in eine Trägerflüssigkeitsleitung und in der zweiten Ventilstellung in eine Probenflüssigkeitsleitung einschaltbar ist.

Bei der Fließinjektionsanalyse wird eine Probenflüssigkeit in eine Probenschleife eingebracht. Dazu wird üblicherweise Probenflüssigkeit von einer Schlauchpumpe durch die Probenschleife gepumpt, die an dem stromabwärtigen Ende mit einem Auslaß verbunden ist. Wenn die Probenschleife mit Probenflüssigkeit gefüllt ist, wird die Probenschleife von einem Ventil in einen Trägerflüssigkeitsstrom eingeschaltet. Die Probenflüssigkeit wird dabei von der Trägerflüssigkeit mitgenommen.

Die Probenflüssigkeit wird dann von der Trägerflüssigkeit zu einem Analysengerät gefördert. Das kann eine Trennsäule für die Hochdruck-Flüssigkeitschromatographie oder ein Brenner eines Atomabsorptions-Spektrometers sein. Die Probenflüssigkeit kann auch mit einem Reagenz versetzt werden, das dem Träger- und Probenflüssigkeitsstrom zugemischt wird, um flüchtige Hydride von bestimmten Probenbestandteilen zu bilden. Solche Hydride werden nach Trennung von der Flüssigkeit in einer beheizten Meßküvette zersetzt und durch Atomabsorptions-Spektroskopie bestimmt.

Das Ventil ist üblicherweise ein Drehschieberventil mit einem stationären, ersten Ventilteil und einem dagegen verdrehbaren, zweiten Ventilteil. An dem ersten Ventilteil sind vier Anschlüsse vorgesehen. Davon ist ein Anschluß mit einer Probenflüssigkeitsquelle und ein Anschluß mit einem Auslaß verbunden. Zwei weitere Anschlüsse sind in eine Trägerflüssigkeitsleitung eingeschaltet. Der zweite Ventilteil trägt eine Probenschleife und weist weiterhin eine Verbindungsleitung auf. Das Ventil ist zwischen zwei Stellungen umschaltbar. In einer ersten Stellung des ersten Ventilteils ist die Probenschleife zwischen Probenquelle und Auslaß eingeschaltet. Die Verbindungsleitung verbindet die beiden Teile der Trägerflüssigkeitsleitung. In einer zweiten Stellung ist die Verbindungsleitung auf der einen Seite mit der Probenquelle verbunden aber auf der anderen Seite abgesperrt. Die Probenschleife liegt zwischen den mit der Trägerflüssigkeitsleitung verbundenen Anschlüssen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung der eingangs definierten Art universeller einsetzbar zu machen.

Der Erfindung liegt die speziellere Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung der eingangs genannten Art so auszubilden, daß wahlweise zwei unterschiedliche Volumina dosiert werden können.

Der Erfindung liegt weiter die Aufgabe zugrunde, die Analysenfrequenz zu erhöhen.

Diese Aufgaben werden erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß

- c) eine zweite Probenschleife durch das Ventil in dessen erster Ventilstellung in die Probenflüssig-

keitsleitung und in dessen zweiter Ventilstellung in die Trägerflüssigkeitsleitung einschaltbar ist.

Es können dann Probenschleifen mit unterschiedlichen Volumina vorgesehen werden, die abwechselnd eingesetzt werden. Es können auch Probenschleifen mit gleichen Volumina vorgesehen sein. Dann gestattet die Vorrichtung eine Erhöhung der Analysenfrequenz: Während der Messung der Probe in der einen Probenschleife wird schon wieder die andere Probenschleife mit Probenflüssigkeit gefüllt.

Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist nachstehend unter Bezugnahme auf die zugehörigen Zeichnungen näher erläutert.

Fig. 1 ist eine schematische Darstellung einer Vorrichtung zum Einbringen einer Probenflüssigkeit in einen Trägerflüssigkeitsstrom, wobei das Ventil und die Probenschleifen perspektivisch dargestellt ist.

Fig. 2 zeigt einen Längsschnitt des Ventils.

Fig. 3 zeigt eine Endansicht des Ventils in der ersten Ventilstellung, wobei die Probenschleifen und ihre Verbindungen schematisch dargestellt sind.

Fig. 4 zeigt die Endansicht des Ventils in der zweiten Ventilstellung.

Fig. 5 zeigt schematisch eine Vorrichtung der vorliegenden Art in Verbindung mit einem Gerät zur Erzeugung flüchtiger Hydride einzelner Probenbestandteile und zur Bildung eines Atomdampfes aus den Hydriden in einer beheizten Meßküvette eines Atomabsorptions-Spektrometers.

In Fig. 1 ist mit 10 ein Ventil bezeichnet. Das Ventil 10 ist zwischen zwei Ventilstellungen umschaltbar. Das Ventil 10 besteht aus einem stationären, ersten Ventilteil 12 und einem gegen den ersten Ventilteil 12 verdrehbaren zweiten Ventilteil 14. An dem ersten Ventilteil 10 sind, längs dessen Umfang winkelversetzt, fünf Anschlüsse 16, 18, 20, 22 und 24 angeordnet. Der erste Anschluß 16 ist über eine Leitung 44 und eine auf die Leitung 26 wirkende Schlauchpumpe 28 mit einem Auslaß 30 verbunden. Der Auslaß 30 steht in Verbindung mit einem (nicht dargestellten) Abfallgefäß. Der zweite Anschluß 18 ist mit dem stromabwärtigen Teil einer Trägerflüssigkeitsleitung 34 verbunden. Dieser Teil der Trägerflüssigkeitsleitung 34 ist zu einem Analysengerät geführt. Der dritte Anschluß 20 steht über eine Leitung 36 mit einem Probengeber 38 in Verbindung. Der vierte Anschluß 22 ist mit dem stromaufwärtigen Teil der Trägerflüssigkeitsleitung 40 verbunden. In diesem Teil der Trägerflüssigkeitsleitung ist eine Schlauchpumpe 42 angeordnet. Der fünfte Anschluß 24 steht wieder mit dem Auslaß 30 in Verbindung. Die beiden Anschlüsse 16 und 24 sind über Zweigleitungen 44 bzw. 46 mit der Leitung 26 verbunden.

Der bewegliche, zweite Ventilteil 14 weist vier äußere Anschlüsse 46, 48, 50 und 52 auf. Eine erste Probenschleife 54 ist mit den Anschlüssen 46 und 50 verbunden. Eine zweite Probenschleife 56 ist mit den Anschlüssen 48 und 52 verbunden.

Fig. 2 zeigt einen Längsschnitt durch das Ventil 10. Der stationäre Ventilteil 12 hat zylindrische Grundform. Auf einer Stirnfläche des stationären Ventilteils 12 sitzt der flach-zylindrische bewegliche, nämlich drehbare, Ventilteil 14. In der Stirnfläche des stationären Ventilteils 12 sitzt ein Zapfen 60. Der Zapfen 60 ragt in einen bogenförmigen Ausschnitt 62 des stationären Ventilteils 14. Der Zapfen 60 und der Ausschnitt 62 bestimmen den

nem dritten dieser Anschlüsse (46, 50) und die zweite Probenschleife (56) zwischen einem zweiten und einem vierten dieser Anschlüsse (48, 52) angeordnet ist, und
c) über Kanäle (84, 86) in dem ersten und dem zweiten Ventilteil (12 bzw. 14)

- in der ersten Ventilstellung die erste Probenschleife (54) zwischen den ersten und den dritten Anschluß (16 bzw. 20) des ersten Ventilteils (12) und die zweite Probenschleife (56) zwischen den zweiten und den vierten Anschluß (18 bzw. 22) des ersten Ventilteils (12) geschaltet ist und
- in der zweiten Ventilstellung die erste Probenschleife (54) zwischen den zweiten und den vierten Anschluß (18 bzw. 22) des ersten Ventilteils (12) und die zweite Probenschleife (56) zwischen den dritten und den fünften Anschluß (20 bzw. 24) des ersten Ventilteils (12) geschaltet ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Volumen der zweiten Probenschleife (56) von dem Volumen der ersten Probenschleife (54) verschieden ist.

20

25

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

30

35

40

45

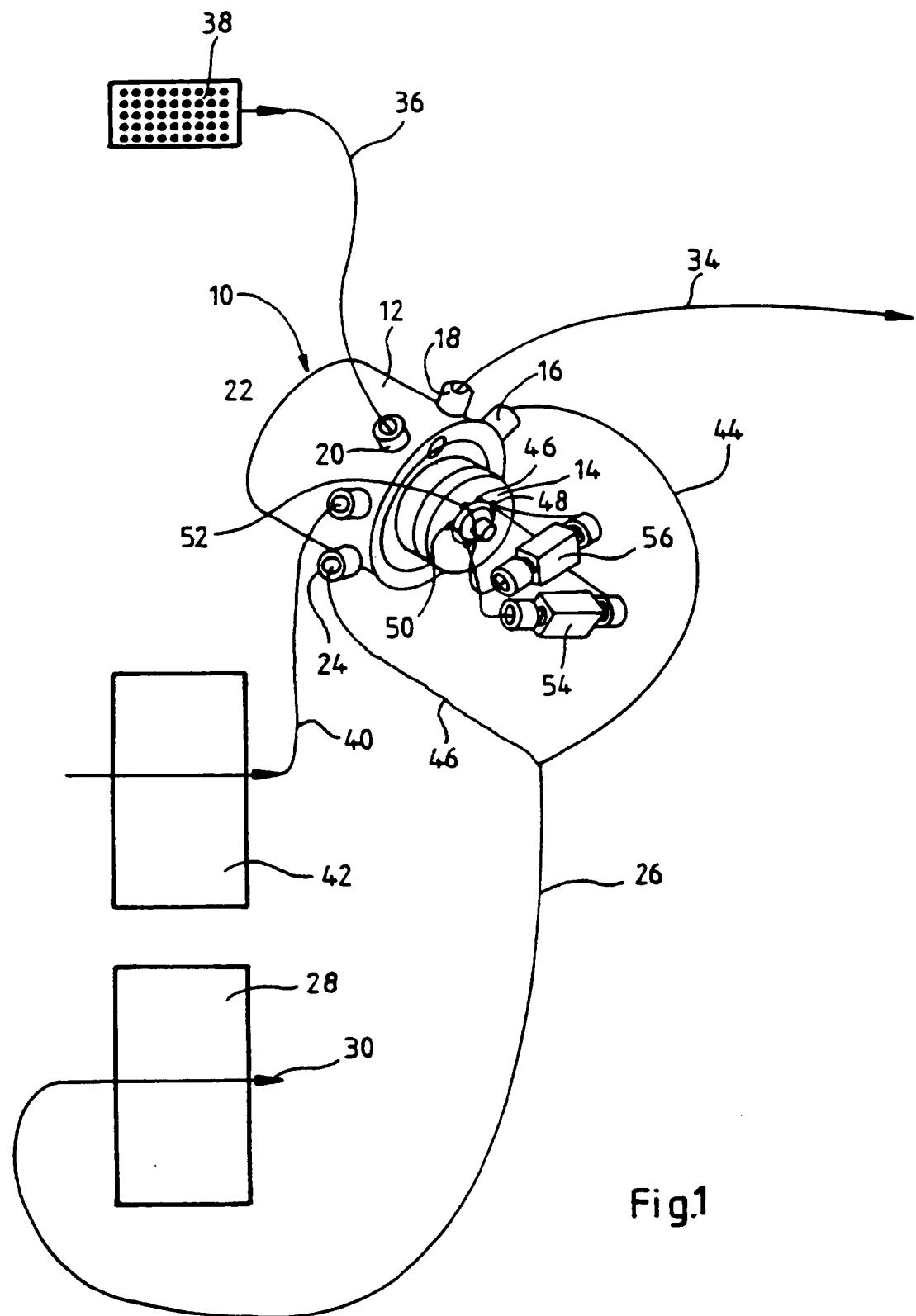
50

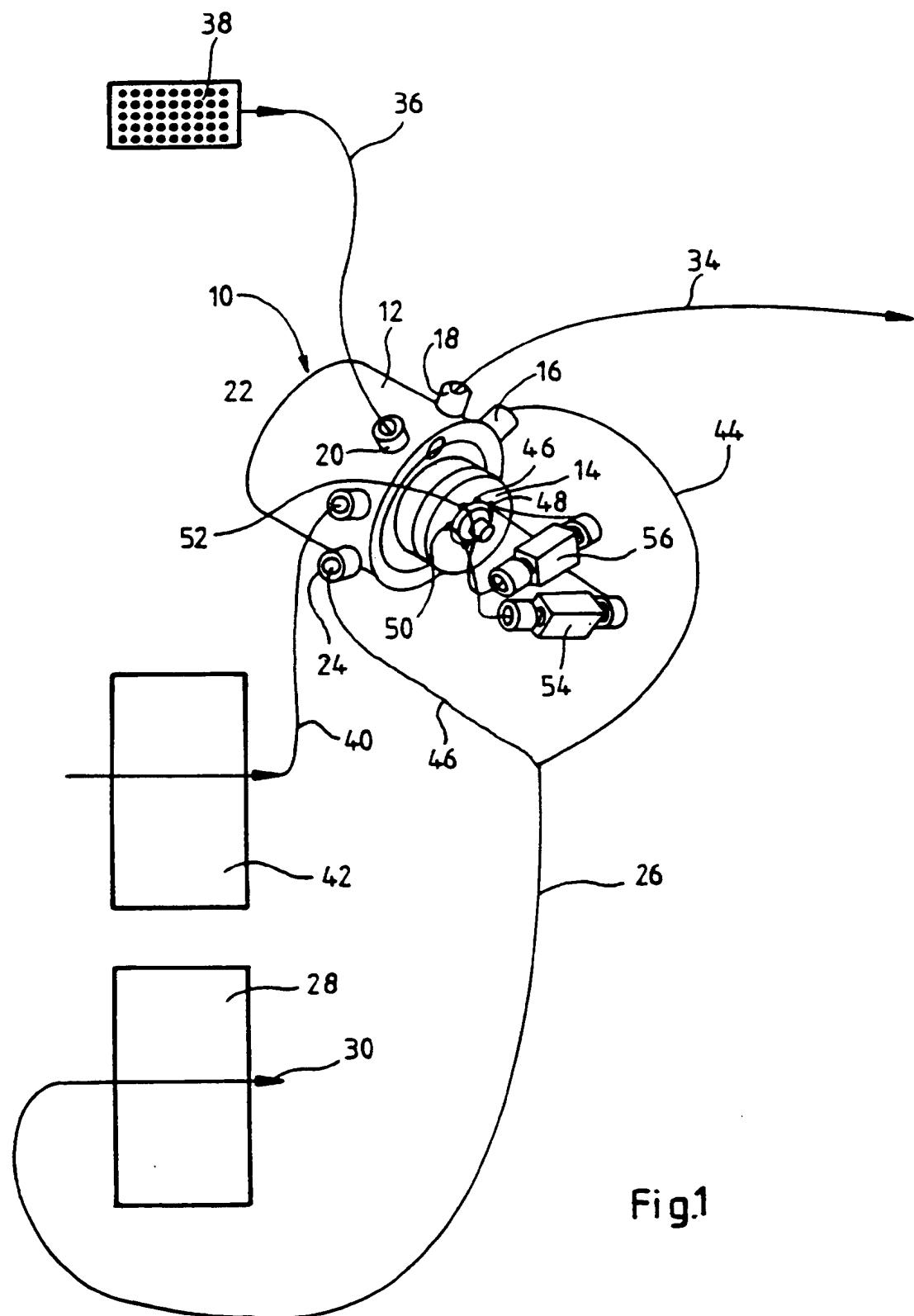
55

60

65

— Leerseite —





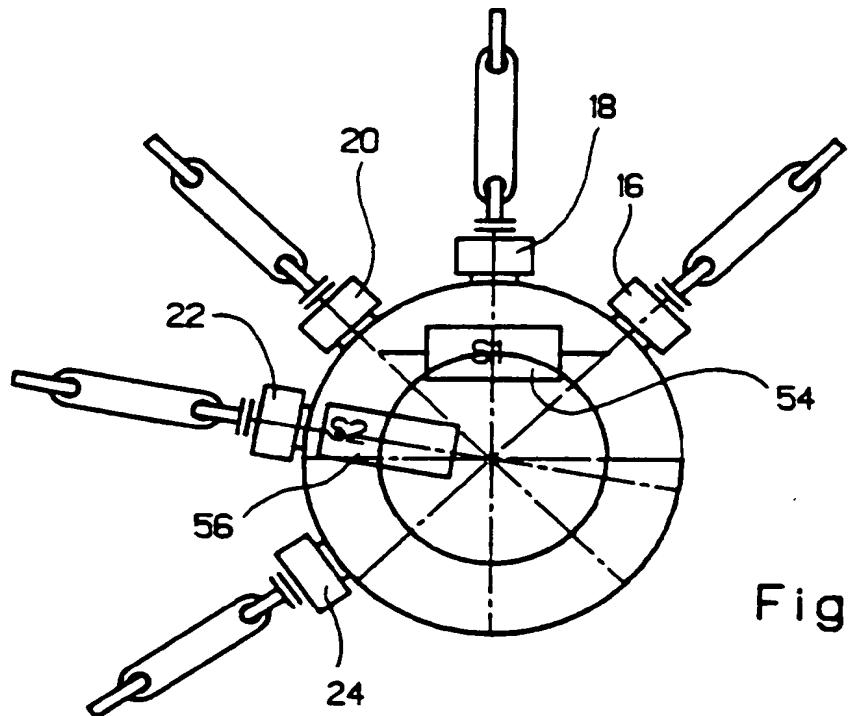


Fig. 3

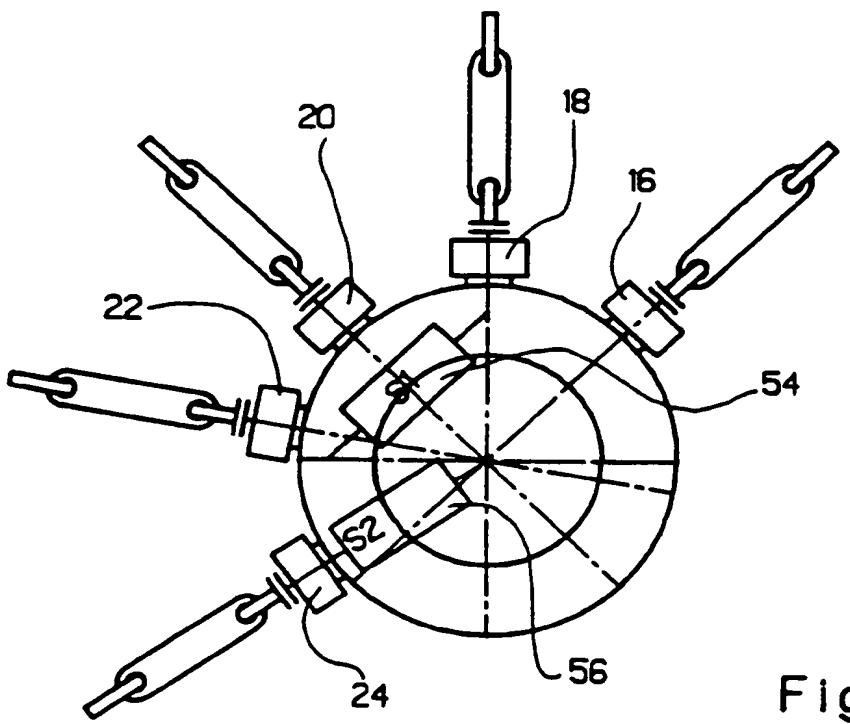


Fig. 4

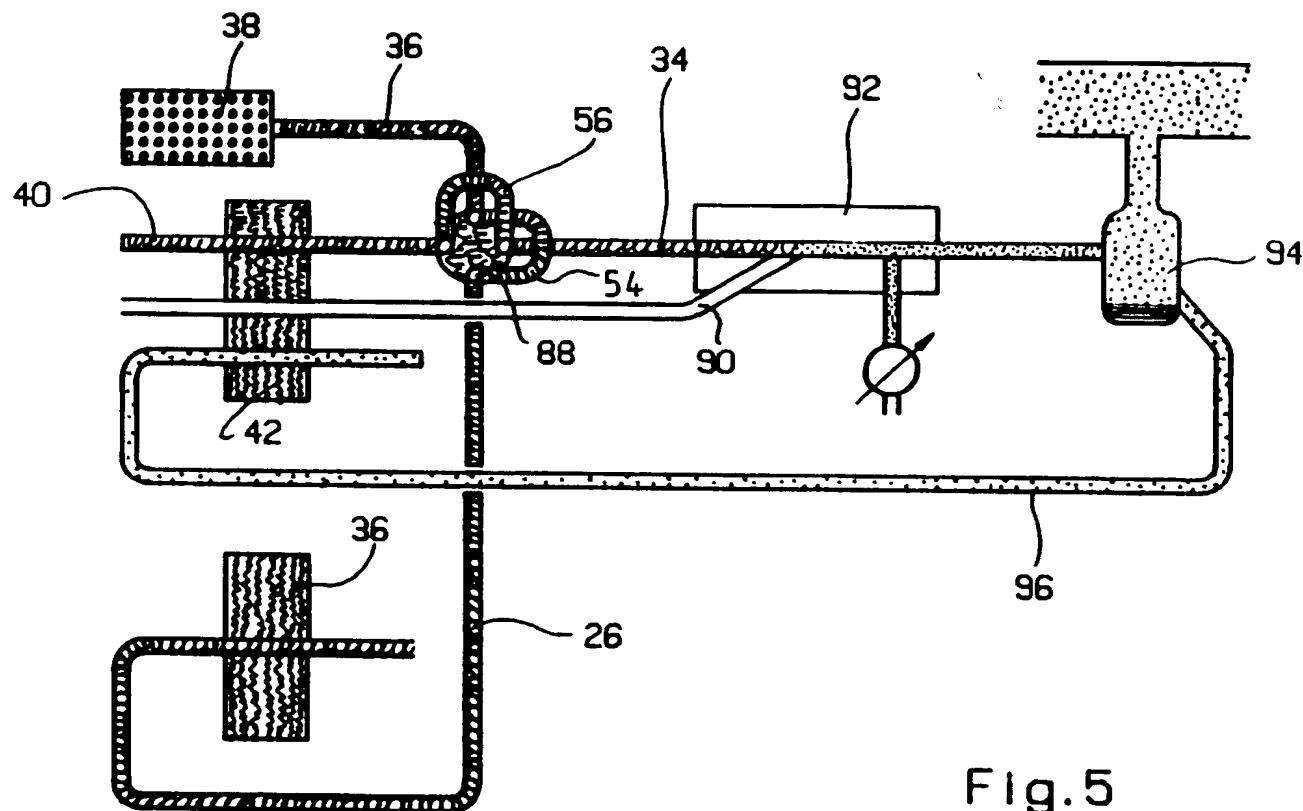


Fig. 5